

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-217337

⑬ Int.Cl.⁸

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)8月30日

C 03 C 17/25
C 23 C 20/08

Z

8017-4G
7730-4K

審査請求 未請求 請求項の数 3 (全9頁)

⑮ 発明の名称 膜付きガラス基板の製造方法

⑯ 特 願 平1-37259

⑰ 出 願 平1(1989)2月16日

⑱ 発 明 者	松 田 厚 範	大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内
⑱ 発 明 者	松 野 好 洋	大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内
⑱ 発 明 者	片 山 慎 也	大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内
⑱ 発 明 者	角 俊 雄	大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号 日本板硝子株式会社内
⑲ 出 願 人	日本板硝子株式会社	大阪府大阪市中央区道修町3丁目5番11号
⑳ 代 理 人	弁理士 大野 精市	

明 細 書

1. 発明の名称

膜付きガラス基板の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) ガラス基板に金属化合物を含む溶液を塗布した後焼成することにより膜付きガラス基板を製造する方法において、水蒸気圧が10Pa以下の雰囲気中で該焼成を行うことを特徴とする膜付きガラス基板の製造方法。

(2) ガラス基板に金属化合物を含む溶液を塗布した後焼成することにより膜付きガラス基板を製造する方法において、該焼成を減圧雰囲気下で行うことを特徴とする膜付きガラス基板の製造方法。

(3) ガラス基板に金属化合物を含む溶液を塗布した後焼成することにより膜付きガラス基板を製造する方法において、該焼成を乾燥ガスの流通雰囲気下で行うことを特徴とする膜付ガラス基板の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は、金属化合物を用いた膜付きガラス基板の製造方法に関し、特にガラス基板中から膜へのアルカリの拡散を抑制し、以て信頼性及び耐久性に優れた膜付きガラス基板を製造する方法に関する。

(従来の技術)

従来、金属有機化合物を含む溶液を塗布した後焼成し、膜付きガラス基板を製造する方法として、シリコンテトラエトキシド($\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$)を含む溶液をソーダ石灰ガラス基板に塗布・乾燥後通常の雰囲気中で焼成して SiO_2 膜付きガラス基板を製造した例が報告されている。(例えば、S.Sakka et al., J.Non-Cryst.Solids, 63(1984)223)また、シリコンテトラエトキシド($\text{Si}(\text{OC}_2\text{H}_5)_4$)およびボロン・トリイソプロポキシド($\text{B}(\text{OC}_3\text{H}_7)_3$)、ジルコニウム・テトラ・nブトキシド($\text{Zr}(\text{OC}_4\text{H}_9)_4$)を含むあるいはアルミニウム・テトラ・secブトキシド($\text{Al}(\text{OC}_4\text{H}_9)_3$)溶液を室温・相対湿度20%の雰囲気中でガラス基板に塗布し、乾燥後通常の雰囲気中で焼成して、 B_2O_3 - SiO_2 系膜付きガ

ラス基板、 ZrO_2-SiO_2 系膜付きガラス基板あるいは、 $Al_2O_3-SiO_2$ 系膜付きガラス基板を製造した例が報告されている。(例えば、N.Tohget al., J. Am. Ceram. Soc., 70(1987)C13.)

またガラス基板に、金属有機化合物を含む溶液を塗布し、型を押しあて、離型しこれを通常の雰囲気中で焼成し、表面に凹凸を有する膜付きガラス基板を製造した例が報告されている。(例えば、特開昭62-102445)

(発明が解決しようとする課題)

しかしながら、上記従来の膜付きガラス基板の製造方法においては膜を緻密化するのに必須の焼成過程において、ガラス基板中のアルカリ成分が膜中あるいは膜表面に拡散し、因って得られる膜付きガラス基板の表面にヤケが発生し易く、耐候性が悪かったり、上に積層した表示素子、あるいは電子デバイスの性能、信頼性に悪影響を及ぼすという問題点があった。

特に高度の信頼性が要求される光ディスク等の基板としては、上記問題は極めて重要な問題であ

った。

(課題を解決するための手段)

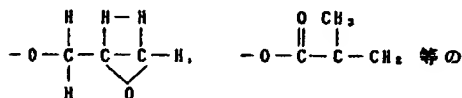
本発明は上記従来の問題点を解決するためになされたものであって、ガラス基板に金属化合物を含む溶液を塗布した後焼成することにより膜付きガラス基板を製造する方法において、①水蒸気圧が10Pa以下の雰囲気中で該焼成を行う。②減圧雰囲気下で該焼成を行う。および③乾燥ガスの流通雰囲気下で該焼成を行う膜付きガラス基板の製造方法である。

本発明に使用できるガラス基板としては、ソーダライムガラス、ボロシリケートガラス、アルミノシリケートガラス等任意のガラス基板が使用できるが、ソーダライムガラス等のアルカリ金属含有ガラスを使用することが本質的に本発明の効果が大きく反映されることになり、また価格も低価格となるので好ましい。

本発明に用いる金属化合物としては金属有機化合物および金属塩が挙げられる。金属有機化合物および金属塩としては、重縮合あるいは架橋反応

がおこることによって溶液の粘性を上昇させるような化合物あるいは焼成によって金属酸化物になるような化合物であれば使用できる。

例えば $Si(OCH_3)_4$ 、 $Si(OC_2H_5)_4$ 、 $Ti(OC_2H_5)_4$ 、 $Ti(OC_4H_9)_4$ 、 $Zr(OC_2H_5)_4$ 、 $Zr(OC_4H_9)_4$ 、 $Al(OC_2H_5)_3$ 、 $Al(OC_4H_9)_3$ 、 $NaOC_2H_5$ 等の $M(OR)_n$ 。
(MはSi, Ti, Zr, Ca, Al, Na, Pb, B, Sn, Ge等の金属、Rはメチル、エチル等のアルキル基、nは1~4の整数)で示される金属アルコキシドと一般に呼ばれる。化合物および $-Cl$ 、 $-COOH$ 、 $-COOR$ 、 $-NH_2$ 。



重縮合あるいは架橋反応を行なう一般的官能基を含む金属有機化合物アセチルアセトナート等の金属キレート錯体、あるいは塩化物、硝酸塩、酢酸塩等の金属塩が例示できる。

焼成を行う前の塗布膜を形成する方法としては、ガラス基板を前記金属有機化合物および、あるい

は、金属塩を含む溶液(以後、溶液と略称する)に浸漬した後引き上げる方法(通称ディッピング法)、溶液を滴下した後回転させる方法(通称スピコート法)あるいは、スプレー法印刷法、ロールコート法等が挙げられる。溶液塗布は必要に応じて、雰囲気中の湿度を制御(たとえば相対湿度20%)した環境において行うことが望ましい。

焼成雰囲気中の水蒸気圧は、例えば焼成炉内を減圧後乾燥ガスで充填させること、乾燥ガスを流通させること、および雰囲気を例えば10Pa以下の減圧雰囲気とすることにより常に10Pa以下に制御することができる。

上記乾燥ガスとして、空気、 O_2 、 N_2 、 He 、 Ne 、 Ar 等およびこれらの混合ガスが挙げられる。空気、 O_2 等により酸化雰囲気での焼成が、 N_2 、 He 、 Ne 、 Ar 等により不活性雰囲気での焼成が、それぞれ実現できる。目的に応じて乾燥ガスの種類を選定することが望ましい。水蒸気分圧が10Pa以下の乾燥ガスを用いれば水蒸気圧10Pa以下の雰囲気が実現できる。

特に、塗布膜作製用溶液中に増粘剤としての有機高分子を含ませ、塗膜形成後これらの有機高分子を焼成により燃焼・分解する場合には、 O_2 を含む乾燥ガス雰囲気中で焼成することが好ましい。

又特に、膜表面に凹凸を有する光ディスク基板を、前記塗布膜にプレス型等の溝形状を転写して作製する方法においては、塗布膜作製用溶液中に増粘剤として、ポリエーテルグリコール類等の有機高分子を加えておくことが作業性等の面で好ましく、(例えば、特開昭62-225273)この様な場合においてはこれら有機高分子を焼成により燃焼分解する必要性があり、従って、前述のとおり O_2 を含む乾燥ガス雰囲気中で焼成することが好ましい。

また、焼成雰囲気中の水蒸気圧は、焼成炉内を減圧することのみでも10Pa以下に制御することができる。

焼成雰囲気中の水蒸気圧は、低い方が良く10⁻²Pa以下にすることがさらに好ましい。

焼成温度は、膜を設けたガラス基板の耐熱温度

(軟化点)以下で任意に設定できるが、膜を緻密にするために300℃以上とすることが好ましい。

(作 用)

本発明は、前記従来の方法により、金属有機化合物および/又は金属塩を含む溶液から、塗布・焼成により膜付きガラス基板を製造する際、ガラス基板中から膜中へ多くアルカリが拡散するのは焼成雰囲気中に水蒸気が存在するためであることに鑑みなされたものである。

詳細には、従来該焼成時においては塗布膜中の反応等において水蒸気が発生するために大きな作用を有すとは考えられていなかった雰囲気中の水蒸気(通常何も配慮しなければ数KPaオーダ)が、被膜中の H^+ 又は H_2O^+ の供給源となっており、雰囲気中の水蒸気圧を低減することにより該イオンの被膜中での生成を低減でき、被膜中の該イオンの生成を低減することにより「被膜中の H^+ 又は H_2O^+ とガラス基板中のアルカリイオンとの相互拡散」を減少できることに鑑みなされたものである。

本発明によれば、焼成雰囲気中の水蒸気圧を低く制御してあるため、アルカリの拡散に必要な対向イオン種としての H^+ あるいは H_2O^+ の膜中での生成が抑制され従って、ガラス基板中のアルカリが膜中へ拡散することがほとんどない。以て、本発明により、ガラス基板から膜中へのアルカリの拡散量の極めて少ない膜付きガラス基板が製造できる。

一般にガラス基板の劣化は、基板中のアルカリが基板表面で、水、炭酸ガス等と反応することにより塩を形成し、溶出、溶解を起こすことにより進む。(例えば、P.B.Adams/J.Non-Cryst.Solids, 67(1984)193.)

一方、ガラス基板に膜体を設けることにより、ガラス基板の劣化は抑制できるが、前記従来製造法により作製したものは、焼成時にアルカリが膜中へ拡散し、該アルカリが膜付きガラス基板の劣化の原因となる。

本発明によれば、被膜中へのアルカリ拡散量の極めて少ない膜付きガラス基板が製造でき、従っ

て、劣化の起こりにくい高耐候性・信頼性の膜付きガラス基板を製造することができる。

(実施例)

実施例-1

出発原料として、シリコンテトラエトキシド($Si(OC_2H_5)_4$)およびチタニウムテトラn-ブトキシド($Ti(OC_4H_9)_4$)を用い、溶媒にはエタノール、加水分解触媒には塩化水素をそれぞれ用いた。加える水の量はシリコンテトラエトキシドに対してモル比で4倍とした。シリコンテトラエトキシドのエタノール溶液に希塩酸(3wt%)を加えて室温で30分間攪拌した。その後チタニウムテトラn-ブトキシドのエタノール溶液を徐々に加え、同じく室温でさらに30分間反応させた。シリコンテトラエトキシドとチタニウムテトラn-ブトキシドはモル比で8.3.5:1.6.5となるようにした。

こうして得られた溶液は、黄色～無色透明であり酸化物換算濃度は、8.5wt%である。該溶液をエタノールで2倍の体積に希釈して塗布溶液1と

した。

塗布溶液中にソーダライムガラス基板を浸漬し、一定速度 (1.6 mm/sec) で引き上げることににより、塗布膜をガラス基板上に形成した。得られた膜付きガラス基板を真空焼成炉内に保持し、 $2.7 \times 10^{-3} \text{ Pa}$ ($2 \times 10^{-5} \text{ torr}$) に減圧した後そのまま減圧操作を継続しつつ 350°C まで昇温し、 350°C で30分間保持した後、室温まで冷却し減圧を中止し N_2 を導入して大気圧にもどし開放する焼成を行った (実施例-1)。

同時に比較のため、熱風炉を用い通常の焼成を行って、膜付きガラス基板を製造した。(比較例-1)。通常の焼成は大気圧下 (水蒸気圧数 KPa) 350°C で30分間保持して行った。

上記減圧焼成および、通常焼成によって得られた膜付きガラス基板についてそれぞれ二次イオン質量分析 (SIMS) を用いて、膜中へのアルカリの拡散プロファイルを測定した。

その結果を第1図に示す。

図から明らかなおと、減圧焼成により作製さ

れた膜付きガラス基板 (実施例-1) は通常焼成によって作製された膜付きガラス基板 (比較例-1) よりも、膜中へのアルカリの拡散量が少なく例えば、膜の中央付近で比較すれば2.5桁程度少ない。

次に、上記減圧焼成および通常焼成によって得られた膜付きガラス基板をそれぞれ 80°C 90% R.H. で400時間保持する耐候性試験を行った。

耐候性試験後の上記減圧焼成により得られた膜付きガラス基板 (実施例-1) の表面は耐候性試験前と同様均一で、表面の劣化や析出物の発生は認められなかった。

一方、通常焼成によって得られた膜付きガラス基板 (比較例-1) の表面には、析出物が認められた。

本実施例-1と同一の作製方法により最終焼成温度のみを 450°C 、 550°C と変えて減圧焼成により作製した膜付きガラス基板について、同様の SIMS 分析および同一の耐候性試験を行った。

450°C で最終焼成したもの、 550°C で最

終焼成したもの、先の 350°C で最終焼成したものと同様、ガラス基板中から膜中へのアルカリの拡散はあまり認められず、また耐候性試験後のこれらの膜付きガラス基板の表面は均一で表面の劣化や析出物の発生は認められなかった。

先の比較例-1と同一の作製方法により最終焼成温度のみを 450°C 、 550°C と変えて通常焼成により作製した膜付きガラス基板について同様の SIMS 分析および同一の耐候性試験を行った。

ガラス基板中から膜中へのアルカリの拡散量は、最終焼成温度の高いものほど、即ち 350°C で 450°C で 550°C の順で多いことがわかった。また耐候性試験後、これらの膜付きガラス基板の表面には析出物の発生が認められその発生密度は最終焼成温度の高いものほど高いことがわかった。実施例-2

シリコンテトラエトキシドとホウ素トリロープロボキシドとを SiO_2 および B_2O_3 となった時にモル比で $80:20$ となるようにそれぞれ秤量する。秤量したシリコンテトラエトキシドに対してモル

比で5倍のエタノールとモル比で6倍の水 (6wt% の HNO_3 溶液を使用) を加えて約 70°C で4時間還流した。上記還流によってシリコンテトラエトキシドはある程度加水分解反応を起こした状態となっている。その後上記還流処理液に先の秤量ずみのホウ素トリロープロボキシドを滴下した後さらに約 70°C で4時間の還流を続けた。 Si-O-B 結合がある程度生成したと思われる上記溶液に等量 (同体積) のエチルアルコールを加えて塗布溶液2とした。

アルミニウムトリsec-ブトキシド 10 g と2-プロパノール 100 ml をそれぞれ秤量し、混合する。この後、室温で30分間攪拌し、塗布溶液3とした。

ジルコニウムテトラn-ブトキシド 10 g と無水エタノール 100 ml をそれぞれ秤量し、混合する。この後室温にて約1時間攪拌し、塗布溶液4とした。

ジルコニウムテトラn-ブトキシド 5 g 、アルミニウムトリsec-ブトキシド 5 g を秤量し、

100 mmの2-プロパノールと混合した後、Siテトラエトキシド5gを添加した。この後、室温で30分間攪拌し、塗布溶液5とした。

上記塗布溶液2~5を完全にN₂で置換したドライボックス中に置き(相対湿度10%)、あらかじめ洗浄したガラス基板を塗布溶液中に浸漬した後引きあげて、ガラス基板上に該溶液を塗布した。塗布後ドライボックス中に保持して十分乾燥した種々の塗布膜付きガラス基板をドライボックスから取り出し実施例-1と同様の減圧焼成および比較例-1と同様の通常焼成を行った。最終焼成温度は400℃とした。

得られたB₂O₃-SiO₂系、ZrO₂、Al₂O₃、およびAl₂O₃-ZrO₂-SiO₂系膜付きガラス基板についてSIMSによるアルカリ拡散プロファイルの測定と耐候性試験(80℃90%R.H.400時間)を行った。

いずれの組成の膜を設けたガラス基板も、減圧下(2.7×10⁻³Pa)で焼成したものの方が通常焼成したものよりも、焼成後の段階で膜中のアル

カリ含量が少なく耐候性試験においては、劣化しにくいことがわかった。

ガラス基板に設ける膜の組成は上記に限らず、任意の組成について本発明による、アルカリ拡散防止の効果が得られる。

実施例-3

実施例-1で調製した塗布溶液1に平均分子量600のポリエチレングリコール(PEG600)を、最終生成物である16.5TiO₂・83.5SiO₂組成の酸化物に対する重量比で(PEG600)/ (酸化物)=1の量加え、均一に溶解したものを塗布溶液6とした。

該塗布溶液6を用いてスピンコート法により化学強化ガラスディスク基板(13cmφ)にPEG600を含む16.5TiO₂・83.5SiO₂塗布膜を形成した。該塗布膜に、迅速に峰高さ0.15μm、峰巾2μm、峰間隔4μmの多数の峰部を有するアセチルセルロース製(弾性係数10⁴kgf/cm²)の厚さ50μmの型を押しあて接合した。

その後、該型を接合した塗布膜付きガラス基板

を90℃で30分間クリーンオープンを用い大気中で乾燥した後アセチルセルロース製の型の離型を行った。

該離型後の表面に凹凸を有する塗布膜付きガラス基板を乾燥空気流通雰囲気中(水蒸気圧10⁻²Pa程度)400℃で30分間焼成を行った。

この最終焼成により塗布膜は平均210nm厚の16.5TiO₂・83.5SiO₂非晶質膜(屈折率1.50)になっていた。

上記操作により作製された表面に凹凸を有する、光ディスク用膜付きガラス基板の表面及び断面を走査型電子顕微鏡により観察したところ、溝深さ約75nm溝巾約2μm、溝間隔約4μmの良好な溝形状が形成されていた。

上記実施例により作製された光ディスク用ガラス基板の概略断面図を第2図に示す。

次に該光ディスク用ガラス基板の耐候性試験を行った。比較の為に、上記実施例と同様の手順で焼成のみ通常の雰囲気(水蒸気圧数KPa)中400℃で30分間焼成を行うことにより作製した、表面

に凹凸を有する光ディスク用膜付きガラス基板についても同時に耐候性試験を行った。

耐候性試験は80℃90%R.H.で400時間保持することにより行った。

耐候性試験後の上記乾燥空気中焼成により作製した光ディスク用膜付きガラス基板の表面は、耐候性試験前と同様均一で表面の劣化や析出物の発生は認められなかった。

一方、比較の為、通常焼成により作製した光ディスク用膜付きガラス基板の表面には、耐候性試験後析出物が認められた。

本実施例のごとく、塗布溶液中にポリエチレングリコール等の有機高分子の増粘剤を含み、かつ該有機高分子を焼成により、燃焼分解する必要のある場合、O₂を含む乾燥ガス雰囲気中で焼成することが好ましい。

本実施例において、乾燥空気の代わりに乾燥O₂中で焼成を行った場合にも本実施例同様膜中へのアルカリの拡散の少ない、従って耐候性のよい光ディスク用膜付きガラス基板が得られた。

実施例-4

実施例-2で調製した塗布溶液2~5に実施例-3同様、PEG600を、最終生成酸化物に対する重量比で(PEG600)/(酸化物)=1の量加え、均一に溶解し塗布溶液を調製した。

これら塗布溶液を用いて N_2 流下中(室温相対湿度10%)、スピンコート法により化学強化ガラスディスク基板(13cm ϕ)にPEGを含む B_2O_3 - SiO_2 系、 ZrO_2 、 Al_2O_3 および Al_2O_3 - ZrO_2 - SiO_2 系塗布膜を形成した。

これらの塗布膜に実施例-3と同様のプレス操作を行い、最終的には乾燥空气中(水蒸気圧 10^{-4} Pa以下)400℃で30分間焼成を行った。

上記操作により作製された種々の、表面に凹凸を有する光ディスク用膜付きガラス基板について、SIMSによるアルカリ拡散プロファイルの測定と耐候性試験(80℃90%R.H.400時間)を行った。

いずれの組成の凹凸膜を設けたガラスディスク基板も乾燥空气中(水蒸気圧 10^{-4} Pa以下)で焼

成したものの方が、通常焼成したものよりも、焼成後の段階で膜中のアルカリ含量が少なく耐候性試験においては劣化しにくいことがわかった。

ガラスディスク基板に設ける凹凸を有する膜の組成は、上記に限らず、任意の組成について本発明によるアルカリ拡散防止の効果が得られる。

実施例-5

化学強化ディスク基板(13cm ϕ)に、下地膜として蒸着法により200nmの SiO_2 膜を形成し、ディスク基板1とした。またCVD(化学気相析出)法により100nmの Si_3N_4 膜を下地膜として形成しディスク基板2とした。

実施例-1で調製した塗布溶液1を用いて上記ディスク基板1およびディスク基板2にスピンコート法により、 TiO_2 - SiO_2 系塗布膜を上記下地膜の上にさらにもう一層設けた。得られた二層膜付きディスク基板を実施例-1と同様真空焼成炉内に保持し 2.7×10^{-3} Paに減圧した後、そのまま減圧操作を継続しつつ350℃まで昇温し、350℃で30分間保持した後室温まで冷却し、

減圧を中止し N_2 を導入して大気圧にもどし開放する焼成を行った。

同時に比較のため、大気圧下(水蒸気圧数KPa)350℃で30分間保持する通常の焼成を行った。

上記減圧焼成および通常焼成によって得られた二層膜付きディスク基板をそれぞれ80℃90%R.H.で1000時間保持する耐候性試験を行った。

耐候性試験後の上記減圧焼成により得られた二層膜付きディスク基板には、 SiO_2 を下地膜としたディスク基板1の場合も、 Si_3N_4 を下地膜としたディスク基板2の場合も、析出物等の発生や劣化は認められなかった。一方通常焼成によって得られた二層膜付きディスク基板の表面にはいずれの下地膜を設けた場合も、表面に析出物が認められた。

上記実施例から明らかなとおり、アルカリの拡散防止を目的として下地膜を設けた場合もその上に塗布膜を設け通常の焼成を行うと、ガラス基板中から下地膜を通して塗布膜中および表面へのアルカリの拡散が進み、アルカリ拡散防止を目的と

した下地膜の効果はあまり大きくない。しかしながら下地膜を設け、その上に塗布膜を形成し低い水蒸気圧下で焼成したものは、アルカリ拡散防止層としての下地膜の効果が大きく有効に発揮され、よって耐候性の優れたディスク基板が得られる。

下地膜の組成、形成方法は、上記に限らず任意の組成、形成方法のものについて、本発明によるアルカリ拡散防止の効果が得られる。また、下地膜の上に設ける塗布膜の組成についても上記に限らず当然任意の組成のものについて本発明によるアルカリ拡散防止の効果が得られる。

〔発明の効果〕

本発明によれば、実施例から明らかなとおり、ガラス基板中から膜中へのアルカリの拡散を抑制しながら塗布膜の焼成が行え、因って膜中のアルカリ含量の極めて少ない、耐候性、信頼性に優れた膜付きガラス基板が製造できる。

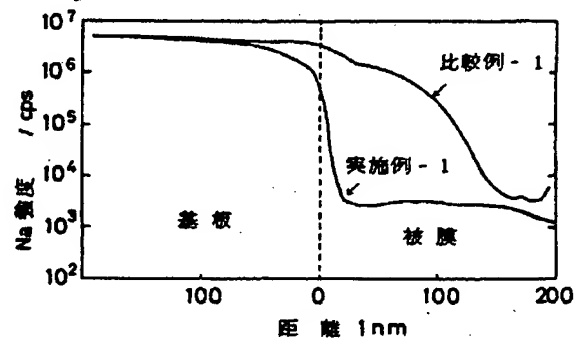
本発明により製造される膜付きガラス基板は、光ディスク用基板のみならず、エレクトロクロミック素子、エレクトロルミネッセンス素子液晶素

子等の表示素子や薄膜トランジスター等の電子部品を積層するガラス基板としても適用することができる。

4. 図面の簡単な説明

第1図は実施例-1および比較例-1で製造した膜付きガラス基板のアルカリの拡散プロファイルをSIMSにより測定した結果である。

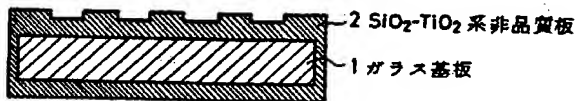
第2図は実施例-3で製造した光ディスク用ガラス基板の概略断面図である。



第1図

特許出願人 日本板硝子株式会社

代理人 弁理士 大野 精市



第2図

手続補正書

平成 1 年 4 月 24 日

特許庁長官殿



1. 事件の表示

特開平1-37258号

2. 発明の名称

膜付きガラス基板の製造方法

3. 補正をする者

事件との関係 特許出願人

住所 大阪府中央区道修町3丁目5番11号

氏名 (400) 日本板硝子株式会社

代表者 中島 達二

4. 代理人

住所 東京都港区新橋5丁目11番3号

新橋住友ビル

日本板硝子株式会社 特許部 内

電東京(03)-436-8781(直通)

氏名 弁理士(6808) 大野 精市



5. 補正命令の日付

(自発)

6. 補正により増加する請求項の数

0

7. 補正の対象 明細書の「発明の詳細な説明」の欄および図面



B. 補正の内容

(1) 明細書2頁17行目に「を含むあるいは」とあるのを「あるいは」と補正する。

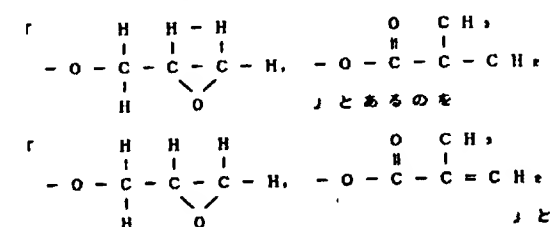
(2) 明細書2頁18行目に「溶液を」とあるのを「を含む溶液を」と補正する。

(3) 明細書3頁2行目に「A1O₃」とあるのを「Al₂O₃」と補正する。

(4) 明細書3頁3行目ないし4行目に「例えば、N.Tohgeet...J.Am.Ceram.Soc.」とあるのを「例えば、J.Am.Ceram.Soc.」と補正する。

(5) 明細書5頁10行目に「一般に呼ばれる。化合物」とあるのを「一般に呼ばれる化合物」と補正する。

(6) 明細書5頁12行目ないし13行目に



とあるのを「素子、液晶素子」と補正する。

(16) 第1図および第2図を別紙の通り補正する。

補正する。

(7) 明細書5頁16行目に「金属有機化合物アセチルアセトナート」とあるのを「金属有機化合物、アセチルアセトナート」と補正する。

(8) 明細書8頁4行目に「スプレー法印刷法」とあるのを「スプレー法、印刷法」と補正する。

(9) 明細書8頁13行目に「He」とあるのを「He」と補正する。

(10) 明細書9頁12行目に「例えば、P.B.Adams/J.Non」とあるのを「例えば、J.Non」と補正する。

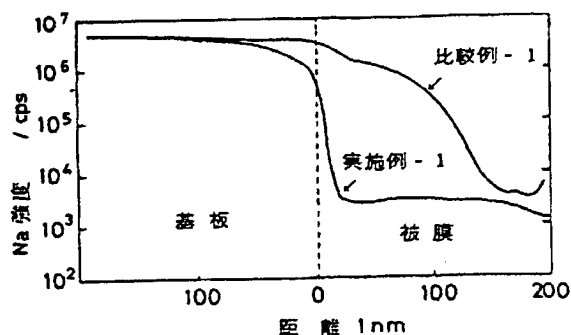
(11) 明細書10頁6行目に「n-ブトキ」とあるのを「n-ブトキ」と補正する。

(12) 明細書10頁13行目に「n-ブトキ」とあるのを「n-ブトキ」と補正する。

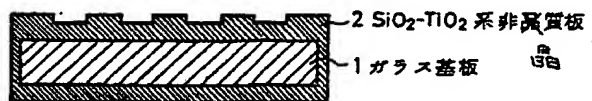
(13) 明細書10頁15行目に「n-ブトキ」とあるのを「n-ブトキ」と補正する。

(14) 明細書17頁2行目に「アセチルロース」とあるのを「アセチルセルロース」と補正する。

(15) 明細書22頁20行目に「素子液晶素子」と補正する。



第1図



第 2 図

(54) RECORDING DISK SUBSTRATE AND PRODUCTION THEREOF

(11) 2-217336 (A) (43) 30.8.1990 (19) JP
 (21) Appl. No. 64-37060 (22) 16.2.1989
 (71) ITOCHU SHOJI K.K.(1) (72) TOSHITOMO MORISANE(1)
 (51) Int. Cl⁵. C03C15/00, G11B5/84

PURPOSE: To readily obtain the title substrate holding a high-density recording medium by crystallization treatment of a specific crystal glass-contg. substrate followed by abrasion and by treatment with an etchant with etching rate for crystal layer differing from that for amorphous one.

CONSTITUTION: A substrate containing $\text{SiO}_2\text{-Li}_2\text{O-Al}_2\text{O}_3$ based crystallized glass is put to crystallization treatment followed by abrasion and then treatment with an etchant with etching rate for crystal layer differing from that for amorphous one, thus obtaining the objective recording disk substrate. For said crystallized glass, its surface has been abrasion-treated and its fine structure is such that fine, homogeneous crystal grains are regularly, uniformly and two-dimensionally distributed in the amorphous layer. As the surface of the present substrate has the fine structure, an air turbulence is produced on the surface by the rotation of the disk substrate, acting as a buoyant resistance against a magnetic head. Thereby the magnetic head will keep at a aluminum distance from the substrate surface without causing any magnetic head crush.

(54) PRODUCTION OF FILM-COATED GLASS SUBSTRATE

(11) 2-217337 (A) (43) 30.8.1990 (19) JP
 (21) Appl. No. 64-37259 (22) 16.2.1989
 (71) NIPPON SHEET GLASS CO LTD (72) ATSUNORI MATSUDA(3)
 (51) Int. Cl⁵. C03C17/25, C23C20/08

PURPOSE: To obtain the title glass substrate excellent in reliability and weatherability by coating a glass substrate with a metallic compound-contg. solution followed by baking in an atmosphere at water vapor pressure not higher than a specified level.

CONSTITUTION: The objective glass substrate can be obtained by coating a glass substrate with a metallic compound-contg. solution followed by baking in one of the following three atmospheres: (1) at a water vapor pressure of $\leq 10\text{Pa}$, (2) at a reduced pressure, and (3) dry gas stream. The glass substrate to be used is pref. alkali metal-contg. glass such as soda lime glass; because of low price and having great effect from the present invention. Said metallic compound is e.g. a metallic organic compound or metallic salt.

(54) RUST PREVENTION OF METALLIC WIRE-ENCAPSULATED GLASS

(11) 2-217338 (A) (43) 30.8.1990 (19) JP
 (21) Appl. No. 64-38469 (22) 20.2.1989
 (71) CENTRAL GLASS CO LTD (72) KOJI YAMAWAKI(1)
 (51) Int. Cl⁵. C03C17/28, C03C27/04, C23F11/00

PURPOSE: To provide the title rust preventive process so designed that the exposed end face of the metallic wire of a metallic wire-encapsulated glass is coated with as rust preventive oil a specific non-drying oil to inhibit impairing the appearance of said glass, strength drop-off for the glass due to rust and development of rust cracking.

CONSTITUTION: The exposed end face of the metallic wire of a metallic wire-encapsulated glass is coated with as rust preventive oil a non-drying oil ≤ 85 in iodine value, ≤ 200 in saponification value and ≤ 15 cst in viscosity. More preferably, the metallic wire projected from said glass end face is bent along this end face and this glass end face and the resultant bent metallic wire are coated with the rust preventive oil. The above-mentioned rust preventive oil may be incorporated with additive(s) such as an antioxidant (e.g. sodium nitrite) unless various characteristics of the glass are impaired. The above-mentioned non-drying oil is low in viscosity, being liable to penetrate into a narrow gap between the glass and the wire; however, this will make thick coating on the glass end face harder, thus tending said projected wire end to be exposed to the open air. But, bending this projected end along the glass plate edge face will make the coating operation easier, thereby suppressing rust development from this part.